

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月12日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-377068

出 願 人

Applicant(s):

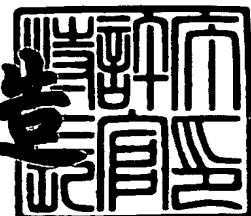
コニカ株式会社



2001年 8月31日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3079806

4925

【書類名】 特許願

【整理番号】 DKT2189650

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B41J 2/01
C09D 11/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都日野市さくら町 1 番地コニカ株式会社内

【氏名】 中村 正樹

【特許出願人】

【識別番号】 000001270

【氏名又は名称】 コニカ株式会社

【代表者】 植松 富司

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012265

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 顔料分散体の製造方法および顔料インク

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加えることを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【請求項 2】 アニオン性基を有する顔料誘導体が溶解された顔料と同一母核であることを特徴とする請求項 1 に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項 3】 アニオン性基を有する顔料誘導体および溶解された顔料がキナクリドン母核を有する顔料であり、更に溶解された顔料溶液がアルカリ性非プロトン性極性溶媒に顔料を溶解した溶液であることを特徴とする請求項 1 に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項 4】 親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を中和するに足りる中和剤が含まれていることを特徴とする請求項 1 に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項 5】 アニオン性基がスルホン酸またはその塩であることを特徴とする請求項 1 に記載の顔料分散体の製造方法。

【請求項 6】 アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加えて作製した顔料分散体から製造されることを特徴とする顔料インク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はインクジェット用インクに関し、特に顔料インクに関する。

【0002】

【従来の技術】

インクジェット記録は、インクの微小液滴を種々の作動原理により飛翔させて記録媒体に付着させ、画像、文字等の記録を行うものであるが、比較的高速、低騒音、多色化が容易であるという利点を有している。

【0003】

また近年の技術進歩により、染料インクによるインクジェットプリントの銀塩写真に迫る高画質化や装置の低価格化が、その普及を加速させている。

【0004】

染料は溶媒に可溶であり、色素分子は分子状態もしくはクラスター状態で着色している。従って各分子の環境が似通っているために、その吸収スペクトルはシャープであり高純度で鮮明な発色を示す。更に粒子性がなく、散乱光、反射光が発生しないので、透明性が高く色相も鮮明である。

【0005】

しかしその一方で、光化学反応等により分子が破壊された場合には、分子数の減少がそのまま着色濃度に反映するために耐光性が悪い。染料インクを用いたインクジェット記録画像は高画質であるが、経時保存による画像品質の低下が大きく、画像保存性の観点で銀塩写真を凌駕する技術が未だ現れていないのが現状である。

【0006】

染料インクに対して、光による退色に強い画像を必要とする用途向けのインクとして、耐光性が良好である顔料を着色剤として用いる顔料インクが使用されている。しかしながら、顔料は染料と比べて粒子で存在するために、光の散乱を受けやすく、透明感のない画像を与えるので、色再現性の点で染料には及ばない欠点があった。

【0007】

この欠点を克服するために、一次粒径の小さい顔料を分散することによって得られる、分散粒径の小さいインクを用いて色再現を向上することが試みられている。しかしながら、一般的に一次粒子が小さくなるほど、顔料の分散は難しくなり、粘度上昇等の悪影響がある。それを回避するための技術としては、顔料誘導体、無機塩等で顔料表面を改質する技術が、塗料分野では知られている。具体的にはミルを用いて高温で長時間ミリングする、硫酸に溶かして水中にペーストする等の方法がある。更にキナクリドン系顔料では、特公昭54-135821号、特開平5-230384号には、顔料誘導体をDMSOのアルカリ溶媒にキナクリドンとともに溶解してペーストする技術も公開されている。

【 0 0 0 8 】

しかし、これらの技術は塗料等の非水系または水系のポリマー含有率の高い分散物を得る目的のための技術であり、インクジェットインクのように、粘度が低くポリマー含有率の極端に低い場合に、それらの技術をそのまま用いることは出来なかった。その為インク中の高分子分散剤を増やさざるえず、そのために記録液の粘度上昇により記録液の吐出安定性が劣る等、インクジェットとしての基本的な問題を解決するまでは至っていなかった。

【 0 0 0 9 】

【発明が解決しようとする課題】

従って本発明の目的は、一次粒径が小さい顔料分散体の製造方法を提供することであり、更には画像の透明感がよく、分散安定性に優れたインクジェット用顔料インクを提供することである。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】

本発明者は上記の課題を解決するために、鋭意研究を重ねた結果、アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加えることにより、生成した顔料分散体は一次粒子が小さく、且つ水に親和性が高く、弱い力で容易に分散し、分散粒径の小さい水分散物を与えることを見いだした。

【 0 0 1 1 】

具体的には、以下の構成により達成された。

1) アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加えることを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【 0 0 1 2 】

2) アニオン性基を有する顔料誘導体が溶解された顔料と同一母核であることを特徴とする前記 1) に記載の顔料分散体の製造方法。

【 0 0 1 3 】

3) アニオン性基を有する顔料誘導体および溶解された顔料がキナクリドン母核を有する顔料であり、更に溶解された顔料溶液がアルカリ性非プロトン性極性

溶媒に顔料を溶解した溶液であることを特徴とする前記1)に記載の顔料分散体の製造方法。

【0014】

4) 親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を中和するに足りる中和剤が含まれていることを特徴とする前記1)に記載の顔料分散体の製造方法。

【0015】

5) アニオン性基がスルホン酸またはその塩であることを特徴とする前記1)に記載の顔料分散体の製造方法。

【0016】

6) アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加えて作製した顔料分散体から製造されることを特徴とする顔料インク。

【0017】

以下、本発明について詳述する。

アニオン性基を有する顔料誘導体は、溶解された顔料と同一母核であることが好ましく、更に好ましくはアニオン性基を有する顔料誘導体および溶解された顔料が、キナクリドン母核を有する顔料であり、更に溶解された顔料溶液が、アルカリ性非プロトン性極性溶媒に顔料を溶解した溶液であることが特に好ましい。

【0018】

また親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を中和するに足りる中和剤が含まれている方が好ましい。

【0019】

アニオン性基を有する顔料誘導体とは、有機顔料母核を有する有機物で直接にまたはジョイントを介してアニオン性基が結合しているものを言う。

【0020】

アニオン性基としては、スルホン酸基、カルボン酸基、リン酸基、硼酸基、水酸基が挙げられるが、好ましくはスルホン酸基、カルボン酸基であり、更に好ましくはスルホン酸基である。

【0021】

有機顔料母核とは、アントラキノン母核、ジオキサジン母核、チオインジゴ母核、キナクリドン母核、フタロシアニン母核、ペリレン母核、イソインドリノン母核、キノフタロン母核等の多環式母核およびアゾ基を有する顔料が挙げられる。好ましくはキナクリドン母核、フタロシアニン母核、アントラキノン母核、ペリレン母核、イソインドリノン母核およびアゾ基を有する顔料が挙げられる。

【0022】

キナクリドン母核を有する顔料誘導体としてはスルホキナクリドン、ジスルホキナクリドン、カルボキシキナクリドン、ジカルボキシキナクリドン、スルホフェニルアミノスルホニルキナクリドン、スルホブチルアミノスルホニルキナクリドン、フタロシアニン母核を有する顔料誘導体としてはスルホフタロシアニン、ジスルホフタロシアニン、テトラスルホフタロシアニン、ジカルボキシフタロシアニン、テトラカルボキシフタロシアニン、アゾ基を有する顔料誘導体としては C. I. Pigment Yellow 74 のスルホン化物、C. I. Pigment Yellow 128 のスルホン化物、イソインドリノン母核を有する顔料誘導体としては C. I. Pigment Yellow 109 のスルホン化物、アントラキノン母核を有する顔料誘導体としては C. I. Pigment Red 168 のスルホン化物、ペリレン母核を有する顔料誘導体としては C. I. Pigment Orange 168 のスルホン化物等が挙げられる。特に好ましくはキナクリドン母核を有する顔料誘導体である。

【0023】

ジョイントとは2価の連結基を指す。具体的には、置換もしくは無置換のアルキレン基、置換もしくは無置換のアルケニレン基、置換もしくは無置換のフェニレン基、置換もしくは無置換のヘテロ環基（例えば、フラニレン基、ピロリレン基、イミダゾリレン基等）、更に $-O-$ 、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2NH-$ 、 $-NH-SO_2-$ 、 $-NHCO-$ 、 $-CONH-$ 、 $-S-$ 等が挙げられる。またこれらを組み合わせたものでもよい。

【0024】

アニオン性基はフリーでも塩の状態でもよい。カウンター塩としては、無機塩（リチウム、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、アルミニウム

、ニッケル、アンモニウム)、有機塩(トリエチルアンモニウム、ジエチルアンモニウム、ピリジニウム、トリエタノールアンモニウム等)が挙げられる。好ましくは1価の価数を有するカウンター塩である。

【0025】

これらの顔料誘導体の合成方法は、公知の方法で容易に合成することができるが、顔料を硫酸、クロル硫酸等のスルホン化剤によるスルホン化、クロル硫酸を用いてスルホニルクロリド化後アミンと反応させる方法、または予めスルホン酸が入っている中間体を用いて顔料を合成する方法等が用いられる。

【0026】

親水性媒体とは水を主成分とする媒体をいう。この親水性媒体中には水に溶解する水溶性有機溶媒を加えてもよい。水溶性有機溶媒の具体的例としては、水溶性アルコール類(例えば、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、ブタノール、i s o-ブタノール、s e c-ブタノール、t e r t-ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール等)、水溶性多価アルコール類(例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキサンジオール、ペンタンジオール、グリセリン、ヘキサントリオール、チオジグリコール等)、水溶性ケトン類(アセトン等)が挙げられる。

【0027】

本発明の顔料とは、色を有する有機顔料を指し、具体的にはキナクリドン系顔料、フタロシアニン系顔料、アゾ顔料、ペリレン顔料、アントラキノン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフタロン顔料等の多環式顔料や、塩基性染料型レーキ、酸性染料型レーキ等の染料レーキや、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラック、昼光蛍光顔料等の有機顔料が挙げられる。

【0028】

具体的な有機顔料を以下に例示する。

マゼンタまたはレッド用の顔料としては、C. I. ピグメントレッド2、C.

I. ピグメントレッド3、C. I. ピグメントレッド5、C. I. ピグメントレッド6、C. I. ピグメントレッド7、C. I. ピグメントレッド15、C. I. ピグメントレッド16、C. I. ピグメントレッド48:1、C. I. ピグメントレッド53:1、C. I. ピグメントレッド57:1、C. I. ピグメントレッド122、C. I. ピグメントレッド123、C. I. ピグメントレッド139、C. I. ピグメントレッド144、C. I. ピグメントレッド149、C. I. ピグメントレッド166、C. I. ピグメントレッド177、C. I. ピグメントレッド178、C. I. ピグメントレッド222等が挙げられる。

【0029】

オレンジまたはイエロー用の顔料としては、C. I. ピグメントオレンジ31、C. I. ピグメントオレンジ43、C. I. ピグメントイエロー12、C. I. ピグメントイエロー13、C. I. ピグメントイエロー14、C. I. ピグメントイエロー15、C. I. ピグメントイエロー17、C. I. ピグメントイエロー93、C. I. ピグメントイエロー94、C. I. ピグメントイエロー128、C. I. ピグメントイエロー138等が挙げられる。

【0030】

グリーンまたはシアン用の顔料としては、C. I. ピグメントブルー15、C. I. ピグメントブルー15:2、C. I. ピグメントブルー15:3、C. I. ピグメントブルー16、C. I. ピグメントブルー60、C. I. ピグメントグリーン7等が挙げられる。

【0031】

これらの顔料を溶解する溶媒としては、酸性溶媒とアルカリ性非プロトン性極性溶媒が挙げられる。酸性溶媒としては、硫酸、スルホン酸系溶媒（例えば、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸等）が挙げられる。アルカリ性非プロトン性極性溶媒とは、アルカリ性物質（例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム）の水溶液を含有した非プロトン性極性溶媒のことをいう。非プロトン性極性溶媒とは、アミド類（例えば、ホルムアミド、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等）、複素環類（例えば、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、N-シクロヘキシル-2-ピロリドン、2-オキサゾリド

ン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等)、スルホキシド類(例えば、ジメチルスルホキシド等)、スルホン類(例えば、スルホラン等)、アセトニトリル等が挙げられる。好ましくはアミド類、スルホキシド類、アセトニトリルである。

【0032】

顔料誘導体の添加量は溶解された顔料に対して0.1mol%以上、50mol%以下が好ましい。0.1mol%以下では一次粒径制御抑制効果が少なくなり、50mol%以上ではそれ以上の効果が期待できなくなる。

【0033】

アニオン性を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加える時の温度は特に制限をされないが、好ましくは0~80℃の範囲が挙げられる。0℃以下では親水性媒体中の水が氷結する可能性があり、80℃以上では一次粒子の大きさが大きくなってしまふ不都合点が生じる。

【0034】

本発明の顔料分散体を用いれば、分散安定性は従来のものよりかなり向上するが、それでも不足の場合は、必要に応じて界面活性剤、高分子分散剤を含有させてもよい。界面活性剤、高分子分散剤の種類は特に制限されないが、本発明の顔料誘導体と電荷が同じアニオン系、または電荷のないノニオン性の界面活性剤、高分子分散剤が好ましい。好ましく使用される界面活性剤としては、例えばジアルキルスルホコハク酸塩類、アルキルナフタレンスルホン酸塩類、脂肪酸塩類等のアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル類、アセチレングリコール類、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックコポリマー類等のノニオン性界面活性剤が挙げられる。高分子分散剤の例としては、ポリスチレン-アクリル酸共重合体等が挙げられる。

【0035】

本発明の顔料インクに使用できるインク溶剤としては、水溶性の有機溶媒が好ましく、具体的にはアルコール類(例えば、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、n-ブタノール、i-ブタノール、sec-ブタ

ノール、tert-ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール等)、多価アルコール類(例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキサンジオール、ペンタンジオール、グリセリン、ヘキサントリオール、チオジグリコール等)、多価アルコールエーテル類(例えば、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノプロピルエーテル、トリプロピレングリコールジメチルエーテル等)、アミン類(例えば、エタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、モルホリン、N-エチルモルホリン、エチレンジアミン、ジエチレンジアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ポリエチレンイミン、ペンタメチルジエチレントリアミン、テトラメチルプロピレンジアミン等)、アミド類(例えば、ホルムアミド、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド等)、複素環類(例えば、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、N-シクロヘキシル-2-ピロリドン、2-オキサゾリドン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジン等)、スルホキシド類(例えば、ジメチルスルホキシド等)、スルホン類(例えば、スルホラン等)、スルホン酸塩類(例えば、1-ブタンスルホン酸ナトリウム塩等)、尿素、アセトニトリル、アセトン等が挙げられる。

【0036】

これらのインク溶剤は単独で用いても、また併用して用いてもよい。

本発明の顔料インクにおいて、ラテックスをインク中に加えてもよい。例えば、スチレン-ブタジエン共重合体、ポリスチレン、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、アクリル酸エステル共重合体、ポリウレタン、シリコン-アクリル共重合体およびアクリル変性フッ素樹脂等のラテックスが挙げられる。ラテックスは、乳化剤を用いてポリマー粒子を分散させたものであっても、また乳化剤を用いずに分散させたものであってもよい。乳化剤としては界面活性剤が多く用いられるが、スルホン酸基、カルボン酸基等の水に可溶性基を有するポリマー（例えば、可溶性基がグラフト結合しているポリマー、可溶性基を持つ単量体と不溶性の部分を持つ単量体とから得られるポリマー）を用いることも好ましい。

【0037】

また本発明の顔料インクではソープフリーラテックスを用いることが特に好ましい。ソープフリーラテックスとは、乳化剤を使用していないラテックス、およびスルホン酸基、カルボン酸基等の水に可溶性基を有するポリマー（例えば、可溶性基がグラフト結合しているポリマー、可溶性基を持つ単量体と不溶性の部分を持つ単量体とから得られるポリマー）を乳化剤として用いたラテックスのことを指す。

【0038】

近年ラテックスのポリマー粒子として、粒子全体が均一であるポリマー粒子を分散したラテックス以外に、粒子の中心部と外縁部で組成を異にしたコア・シェルタイプのポリマー粒子を分散したラテックスも存在するが、このタイプのラテックスも好ましく用いることができる。

【0039】

本発明の顔料インクにおいて、ラテックス中のポリマー粒子の平均粒径は10 nm以上、300 nm以下であり、10 nm以上、100 nm以下であることがより好ましい。ラテックスの平均粒径が300 nmを越えると、画像の光沢感の劣化が起こり、10 nm未満であると耐水性、耐擦過性が不十分となる。ラテックス中のポリマー粒子の平均粒径は、光散乱法、電気泳動法、レーザードップラー法を用いた市販の粒径測定機器により求めることができる。

【0040】

本発明の顔料インクにおいて、ラテックスは固形分添加量としてインクの全質量に対して0.1質量%以上、20質量%以下となるように添加されるが、ラテックスの固形分添加量を0.5質量%以上、10%質量%以下とすることが特に好ましい。ラテックスの固形分添加量が0.1質量%未満では、耐水性に関して十分な効果を発揮させることが難しく、また20質量%を越えると、経時でインク粘度の上昇が起こったり、顔料分散粒径の増大が起こりやすくなる等インク保存性の点で問題が生じることが多い。

【0041】

本発明の顔料インクにおいては、吐出安定性、プリントヘッドやインクカートリッジ適合性、保存安定性、画像保存性、その他の諸性能向上の目的に応じて、更に粘度調整剤、比抵抗調整剤、皮膜形成剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、退色防止剤、防錆剤、防腐剤、防黴剤等を添加することもできる。また電気伝導度調節剤を用いることもでき、例えば塩化カリウム、塩化アンモニウム、硫酸ナトリウム、硝酸ナトリウム、塩化ナトリウム等の無機塩や、トリエタノールアミン等の水性アミン等が挙げられる。

【0042】

記録媒体としては、普通紙、コート紙、インク液を吸収して膨潤するインク受容層を設けた膨潤型インクジェット用記録紙、多孔質のインク受容層を持った空隙型インクジェット用記録紙、また基紙の代わりにポリエチレンテレフタレートフィルム等の授脂支持体を用いたものも用いることができる。中でも、空隙型インクジェット用記録紙または空隙型インクジェット用フィルムが、最も優れた性能を発揮する。

【0043】

空隙型インクジェット用記録紙または空隙型インクジェット用フィルムとは、インク吸収能を有する空隙層が設けられている記録媒体を言い、該空隙層は主に親水性バインダーと無機微粒子の軟凝集により形成されるものである。

【0044】

空隙層の設け方として皮膜中に空隙を形成する方法は種々知られており、例えば二種以上のポリマーを含有する均一な塗布液を支持体上に塗布し、乾燥過程で

これらのポリマーを互いに相分離させて空隙を形成する方法、固体微粒子および親水性または疎水性バインダーを含有する塗布液を支持体上に塗布し、乾燥後に、インクジェット用記録紙を水或いは適当な有機溶媒を含有する液に浸漬して固体微粒子を溶解させて空隙を作製する方法、皮膜形成時に発泡する性質を有する化合物を含有する塗布液を塗布後、乾燥過程でこの化合物を発泡させて皮膜中に空隙を形成する方法、多孔質固体微粒子と親水性バインダーを含有する塗布液を支持体上に塗布し、多孔質微粒子中や微粒子間に空隙を形成する方法、親水性バインダーに対して概ね等量以上の容積を有する固体微粒子および／または微粒子油滴と親水性バインダーを含有する塗布液を支持体上に塗布して固体微粒子の間に空隙を作製する方法等が挙げられるが、本発明の顔料インクを用いる上では、いずれも方法で空隙層が設けられてもよい結果を与える。

【0045】

本発明に係わるインクジェット記録方法で使用するインクジェットヘッドは、オンデマンド方式でもコンティニュアス方式でも構わない。また吐出方式としては、電気-機械変換方式（例えば、シングルキャピティ型、ダブルキャピティ型、ペンダー型、ピストン型、シェアーモード型、シェアーウォール型等）、電気-熱変換方式（例えば、サーマルインクジェット型、バブルジェット型等）、静電吸引方式（例えば、電界制御型、スリットジェット型等）および放電方式（例えば、スパークジェット型等）等を具体的な例として挙げることができるが、いずれの吐出方式を用いても構わない。

【0046】

【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに実施態様に限定されるものではない。

【0047】

尚、実施例中で％は特に断りのない限り質量％を示す。

実施例 1

1 Lの三口フラスコに水200 ml、酢酸7.5 gに2,9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩1.0 gを加えて、よく攪拌し分散する。

【0048】

その分散液を氷冷し、0～20℃の範囲で、ジメチルスルホキシド150mlと10%水酸化ナトリウム水溶液50mlの混合溶媒に10g(29mmol)のC. I. ピグメントレッド122を溶解した液をゆっくり滴下する。

【0049】

滴下終了後、メタノールを加えて遠心分離を施し上澄みを除き、水500ml加えてサンドミル分散を2時間行い、C. I. ピグメントレッド122の5%分散液(マゼンタ顔料分散体1)を得た。

【0050】

この分散物の一次粒径を求めるために、電子顕微鏡によって1000個の粒子の長径の平均を求めたところ30nmであった。

【0051】

比較例1

実施例1の2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩をC. I. ピグメントレッド122を溶解したジメチルスルホキシドと10%水酸化ナトリウムの混合液に予め加えておいた他は、実施例1と同様に行い、マゼンタ顔料分散体2を得た。この分散物の一次粒径を測定したところ50nmであった。

【0052】

実施例2

実施例1の2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩の代わりに、スルホフェニルアミノスルホニルキナクリドン・ジメチルアミン塩を用いた他は、実施例1と同様に行い、マゼンタ顔料分散体3を得た。この分散体の一次粒径は28nmであった。

【0053】

比較例2

比較例1の2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩の代わりに、スルホフェニルアミノスルホニルキナクリドン・ジメチルアミン塩を用いた他は、比較例1と同様に行い、マゼンタ顔料分散体4を得た。この分散体の一次粒径は45nmであった。

【0054】

実施例 3

1 L の三口フラスコに水 1000 ml、酢酸ナトリウム 180 g の混合液に 2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩 1.0 g を加えて、溶解させる。

【0055】

その分散液中を氷冷し、0～20℃の範囲で、C. I. ピグメントレッド 122、10 g を硫酸 100 g に溶解した液をゆっくり滴下する。

【0056】

滴下終了後、メタノールを加えて遠心分離を施し上澄みを除き、水 200 ml を加えてサンドミル分散を 2 時間行い、C. I. ピグメントレッド 122 の 5% 分散液（マゼンタ顔料分散体 5）を得た。この分散物の一次粒径は 43 nm であった。

【0057】

比較例 3

実施例 1 の 2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩を C. I. ピグメントレッド 122、10 g を硫酸 100 g に溶解した液に予め加えておいた他は、実施例 1 と同様に行い、マゼンタ顔料分散体 6 を得た。この分散物の一次粒径は 66 nm であった。

【0058】

実施例 4

実施例 3 の 2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩の代わりにテトラスルホフタロシアニン・テトラナトリウム塩を、C. I. ピグメントレッド 122 の代わりに C. I. ピグメントブルー 15:3 を用いた他は、実施例 3 と同様に行い、シアン顔料分散体 1 を得た。この分散物の一次粒径は 47 nm であった。

【0059】

比較例 4

実施例 4 のテトラスルホフタロシアニン・テトラナトリウム塩を C. I. ピグメントブルー 15:3、10 g を硫酸 100 g に溶解した液に予め加えておいた

他は、実施例4と同様に行い、シアン顔料分散体2を得た。この分散物の一次粒径は58nmであった。

【0060】

実施例5

実施例3の2, 9-ジスルホキナクリドン・ジナトリウム塩の代わりにC. I. ピグメントイエロー128のスルホン化物を、C. I. ピグメントレッド122の代わりにC. I. ピグメントイエロー128を用いた他は、実施例3と同様に行い、イエロー顔料分散体1を得た。この分散物の一次粒径は50nmであった。

【0061】

比較例5

実施例5のC. I. ピグメントイエロー128のスルホン化物をC. I. ピグメントイエロー128、10gを硫酸100gに溶解した液に予め加えておいた他は、実施例3と同様に行い、イエロー顔料分散体2を得た。この分散物の一次粒径は75nmであった。

【0062】

インク（マゼンタ顔料インク1）の調製方法

マゼンタ顔料分散体1	160g
ジエチレングリコール	180g
グリセリン	80g
ペレックスOT-P（花王（株）製）	5g
プロキセルGXL（ゼネカ（株）製）	2g

以上をイオン交換水で1000gに仕上げ、1ミクロンのミリポアフィルターに2度通過させてマゼンタ顔料インクを調製した。

【0063】

同様にしてマゼンタ顔料分散体1の代わりに、表1に示した分散体を用いてインクを調製した。

【0064】

（記録媒体への記録）

ノズル粒径 $20\mu\text{m}$ 、駆動周波数 12kHz 、1色当りのノズル数128、同色ノズル密度 180dpi （ dpi とは 2.54cm 当たりのドットの数を表す）であるピエゾ型ヘッドを搭載し、最大記録密度 $720\times 720\text{dpi}$ のオンデマンド型のインクジェットを使用して、インクジェット用OHPシートに反射濃度1.0を与える均一画像パターンを作製した。

【0065】

表1に、使用したインクによる試料1～10の結果を示す。

（分散安定性の評価）

インク 100ml を蒸発が起きないように密閉したサンプル瓶に入れ、それを 60°C の恒温槽で1週間放置し、ゼータサイザー1000（マルバーン社製）を使用して粒径変化率を求め、○、△、×の三段階評価を行った。

【0066】

○：粒径変化率が9%以下

△：粒径変化率が10～50%

×：粒径変化率が51%以上

（透明性の評価）

得られた画像パターンを男性11人、女性11人に見せ、最もよいものを5点、最も悪いものを0点として5段階評価を行った。

【0067】

【表 1】

	顔料インク	顔料分散体	顔料分散体 一次粒径 (nm)	分散安定性 の評価	透明性の評価	参 考
試料 1	マゼンタ顔料インク 1	マゼンタ分散体 1	30	○	5	本発明
試料 2	マゼンタ顔料インク 2	マゼンタ分散体 2	50	△	3	比較例
試料 3	マゼンタ顔料インク 3	マゼンタ分散体 3	28	○	5	本発明
試料 4	マゼンタ顔料インク 4	マゼンタ分散体 4	45	△	3	比較例
試料 5	マゼンタ顔料インク 5	マゼンタ分散体 5	43	○	4	本発明
試料 6	マゼンタ顔料インク 6	マゼンタ分散体 6	66	△	2	比較例
試料 7	シアン顔料インク 1	シアン分散体 1	47	○	4	本発明
試料 8	シアン顔料インク 2	シアン分散体 2	58	△	2	比較例
試料 9	イエロー顔料インク 1	イエロー分散体 1	50	○	4	本発明
試料 10	イエロー顔料インク 2	イエロー分散体 2	75	△	2	比較例

【0068】

表 1 から本発明の化合物を用いて作製した顔料分散体は一次粒径が小さく、作

製した顔料インクの分散安定性に優れ、そのインクを用いて作製した画像は透明性に優れていることが分かる。

【 0 0 6 9 】

【発明の効果】

本発明によって、一次粒径が小さい顔料分散体を得ることができ、更にそれから作製した顔料インクは分散安定性に優れ、また透明性に優れた画像を与えることができた。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 一次粒径が小さい顔料分散体の製造方法を提供することおよび画像の透明感がよく、分散安定性に優れたインクジェット用顔料インクを提供すること。

【解決手段】 アニオン性基を有する顔料誘導体を溶解または分散させた親水性媒体中に、溶解された顔料溶液を加えることを特徴とする顔料分散体の製造方法。

【選択図】 なし

特 2000-377068

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-377068
受付番号	50001599539
書類名	特許願
担当官	第二担当上席 0091
作成日	平成12年12月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年12月12日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001270]

1. 変更年月日 1990年 8月14日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

氏 名 コニカ株式会社